,51 I nt . Cl2. C 21 D 9/00 H01 F 1/16 10 J 183 62 B 51

19日本国特許庁

①特許出願公告 昭51-13469

特 40公告 昭和 51年(1976) 4月 28日

庁内整理番号 6616-42

発明の数 1

(全9頁)

1

◎磁束密度の高い一方向性電磁鋼板の製造方法

21)特 願 昭47-101850

昭47(1972)10月13日 22出

公 開 昭49-61019

④昭49(1974)6月13日

者 今中拓一 72)発

千葉市稲毛台町9の5

□ 萱孝宏

千葉市宮崎1の3

日 小畑良夫

千葉市蘇我町2の1071

田 佐藤徹

千葉市南町2の20の6

願 人 川崎製鉄株式会社 70出

神戸市葺合区北本町通1の1の

28

何代 理 人 弁理士 杉村暁秀 外1名

の特許請求の範囲

1 C 0.0 6%以下、S i 4.0%以下、Sb 0.005~0.200%及びS又はSeの1種又は 2種をその合計量で0.008~0.10%含有する 珪素鋼素材を熱延し、焼鈍工程と冷延工程を適宜 繰返して最終成品厚の冷延鋼板を得、これに対し 25 東密度を意味する。 て脱炭を兼ねた一次再結晶焼鈍を行ない更に最終 仕上焼鈍を行なつて(110)[001]方位の 二次再結晶粒を発達させる一連の工程より成る一 方向性電磁鋼板の製造方法において、前記最終仕 二次再結晶粒を十分成長せしめ、必要に応じ、 Si量に応じてr領域に入らない温度で高温焼鈍 を施し、S、Se 、Nを除去することを特徴とす る磁束密度の高い一方向性電磁鋼板の製造方法。 発明の詳細な説明

本 発明は鋼板または鋼帯の圧延方向に磁化容易 軸100を有するいわゆる一方向性電磁鋼板また は鋼帯の製造法に関するものである。

一方向性電磁鋼板は主として方向性珪素鋼に代 表されるが、この方向性珪素鋼板または鋼帯は主 として変圧器その他の電気機器の鉄芯として使用 5 されるもので磁気特性として励磁特性と鉄損特性 が良好であることを必要とする。さて方向性珪素 鋼板または鋼帯の磁気特性を向上させるためには 第一に鋼板または鋼帯を構成する結晶粒の100 軸を圧延方向に高度にそろえる必要がある。第二 10 には最終成品中に残存する不鈍物や析出物をでき るだけ少なくする必要がある。

2

一方向性珪素鋼板の二段冷延による製造法が N.P.Goss 氏によつて発明されて以来数多く の改善がなされ、磁束密度及び鉄損値は年を追つ 15 て改良されてきた。特に ALN 析出相を利用する 例えば特公昭40-15644号の提案により B。 が 1.80 wb/m を大幅に越える製品が得ら れるようになつてきている。しかしこの方法は工 業的生産に際して非常に狭い許容度しかとりえな

20 い。本発明の目的は B。 が少なくとも 1.8 5 wb/m² を示す高磁束密度の一方向性珪素鋼板ま たは鋼帯を極めて安定した工程によつて製造する 方法を提供することにある。

ここでB。とは磁化力800A/mにおける磁

本発明は珪素鋼素材中に少量の Sb と、微量の Se 、 Sのいずれか一方あるいは双方を併存させ これを従来公知の方法により処理することにより 優れた磁気特性を珪素鋼板を得ることを第一の発 上焼鈍において、まず800~920℃の温度で 30 明とし、更に本発明の第一発明の実施に当り800 ℃~920℃の温度範囲で二次再結晶粒を充分成 長させ優れた特性の珪素鋼板を得ることを第二の 発明とするものである。

> 一般に一方向性珪素鋼板の製造に於ては、焼鈍 35 に伴なう結晶粒の正常粒成長を抑えるいわゆる粒 成長抑制剤(inhibitor)を適量含有した熱 延素材に対し、必要に応じて中間焼鈍をはさんで

冷間圧延を行ない、最終板厚としたあと通常780 ~840℃、湿水素中での脱炭を兼ねた一次再結 晶焼鈍を行ないそれに続く通常1100~1200 ででの最終高温焼鈍で特に110,001方位を 粒成長抑制剤によつて生成する 析出物あるいは粒 界に偏析する固溶原子が110,001方位から 外れた結晶粒の最終高温焼鈍での成長を抑制する ことが特に重要である。

抑制剤として Sb と Se または Sのいずれか一方 あるいは双方を同時に素材中に存在させることを 必須条件とする。

Sb に関しては特公昭38-8214号ですで にそれを珪素鋼の溶製時に 0.0 0 5 ~ 0.1 0 0 % 15 0.0 5 % Sの単独 添加、あるいは 0.0 2 ~ 0.0 4 添加することによつて、いわゆるコス方位を有し た二次再結晶集合組織が得られることが本発明出 願人によつて見出されている。しかしSb 単独で は一次粒の成長抑制効果は認められるがその磁気 特性に与える効果は十分確認されていない。本発 20 るとB。が低下し始めて磁気特性を劣化させるの 明はそのSb による1次粒の粒成長の抑制効果が Se またはSを 添加することによって非常に効果 的に強められるという知見を基に完成されたもの である。

すなわち本発明はC0.06%以下、Si4.0%25度で十分な効果が得られることが判る。 以下を含有する珪素鋼素材を熱延し、焼鈍工程と 冷延工程を適宜繰返して最終成品厚の冷延鋼板を 得、これに対して脱炭を兼ねた一次再結晶焼鈍を 行ない更に最終仕上焼鈍を行なつて110,001 方位の二次再結晶粒を発達させる一連の工程より 30 に熱間加工性及び鉄損の劣化を招き、工業生産上 成る一方向性電磁鋼板の製造方法に於て、前記素 材中にSb 0.0 05~0.200%とS又はSe の 1種類又は2種類を0.10%以下含有せしめるこ とを特徴とする磁束密度の極めて高い一方向性電 磁鋼板の製造方法である。

以下、本発明を詳細に説明する。

第1図A、BはSi約3%、Sbを約0.03% を含む鋼塊(電気炉製)を熱間圧延によつて板厚 3㎜の熱延板とし、この熱延板を先ず900℃で 延し、次いで950℃で5分間焼鈍し次いで40 %~80%の圧下率で最終冷延して0.30㎜乃至 は 0.3 5 ㎜の 最終 ゲージとした後8 2 0 ℃ で湿水 素中で脱炭し最後に850℃×50 hr で2次再

結晶させたのち1200Cで箱焼鈍して得られた 成品の代表的な磁束密度 B。に及ぼす S、Seの 含有量の関係を示す図であり、ほばSe 0.012 ~0.0 4 5%およびS0.0 1 2 ~ 0.0 4 5 %を含 有する結晶粒を選択的に成長させ、同時に傲量の 5 有させた場合に最良の B_8 値 1.90 wb $/m^2$ が得

第2図はSi約3%、Sb0~0.20%、Se $0.02 \sim 0.04\%$, $S0.001 \sim 0.008\%$ th は 0.0 2 ~ 0.0 5 %を含む鋼塊(電気炉製)を、 本発明においては先にも述べたように、かかる 10 前述第1図の場合の工程と同一工程によつて仕上 げた時の成品の磁束密度を示す図であり、Sb 0.0 0 5 ~ 0.2 0 %を含有する鋼に Se 、 Sの 1 種あるいは2種を共存させる場合には、 0.0 05 ~ 0.20% Sb の単独添加、あるいは 0.0 2 ~ %Se の単独添加の場合に較べて優れたB。特性 の得られることが判る。 Sb は 0.0 0 5 %より 低 いとSe、Sを添加してもB。1.85 wb/m²_を 安定して越えることができず、一方 0.2 %を越え で好ましくない。またSb は 0.0 0 5 %以上存在 すれば B。が改良される。特に Sb が 0.0 1~ 0.1 %の範囲では B₈ は Sb 含有量の影響を受け ることが少なく、従つて 0.0 2 ~ 0.0 4 % Sb 程

> 一方 Se 、 Sの B。 に及ぼす影響は第1図Aに 示す如くSe とSとの和が 0.0 08%を下廻わる と十分な Ba 値が得られなくなる。一方 Se 、 S の多量添加はB。 に対する影響は少ないが必然的 好ましくない。従つてSe とSの添加量として両 者の和の上限を 0.1 0 0 %と規定する。

Cは 0.0 6 %以下に限定するが、これは後に続 く工程で経済的な脱炭させる必要上定めたもので 35 ある。 Si については冷延時の割れを考慮して 4.0%以下に限定する。

本発明は上述の如く珪素鋼中にSb とSe また はSの1種あるいは2種を含むことを必須の条件 とするが、その他に通常珪素鋼中に添加されるこ 5分間焼鈍した後、60%~85%の圧下率で冷 40 との公知な元素の存在を妨げない。例えばMn は 0.0 2~0.2%存在させることが好ましい。又一 次粒成長の抑制剤として公知の Te を Se または Sに置換えること或いは追加添加することも妨げ ない。その他一般的に 0.5%以下の Cr 、 Nb 、

V、W、B、Ti、Zr、Taの添加をすること ができる。なお脱酸剤として使用したA Lが微量 例えば 0.0 2 %以下残存しても本発明の効果は十 分現われる。しかし A Lの残存量は通常 0.0 0 5 %以下である。

本発明に従う珪素鋼は通常公知の製鋼および鋳 造方法によつて製造し、これを公知の方法で熱延 し、少くとも1回以上の焼鈍工程と、少くとも1 回以上の冷延工程により成品板厚とした後、脱炭 し、しかる後最終焼鈍を行なうことによつて 110,001方位の二次再結晶粒を発生させる ものである。

これら一連の工程を実施する場合の態様を詳細 に述べると以下のとおりである。

炉、平炉その他公知の製鋼方法を用いて行い得る ことは勿論、真空処理、真空溶解を併用すること ができる。また告塊手段も通常の鋳型に注入する 手段のほかに連続鋳造によることも好適に行うこ とができる。

本発明はSb の他にSe またはSを含む素材を 使用することが必須とするが、Se 、Sの素材中 への添加はすでに提案されており、公知となつて いるいずれの方法を用いてもよい。例えば造塊の 際溶鋼中に添加することのほか最終焼鈍に用いる 25 焼鈍分離剤中に適量の Se 、 Sを 添加し鋼中に浸 透させることもできるのは当然である。

造塊した鋼塊または連続鋳造製スラブはそれぞ れ公知の方法で熱延に付される。通常スラブを熱 延帯鋼に圧延する前に、1200~1350m程30晶粒の成長を工業的に可能なかぎり低温で起こさ 度に十分加熱するのは当然であり、得られる熱延 板の厚みは後続の冷延工程により支配されるが通 常2~5 mm程度とする。

熱延板は続いて冷延に付される。本発明におい ては、冷延は少くとも1回以上行なうが本発明の 35 ひきつづいてSi 量に応じょ領域に入らない温度 目的とする高いB。値を得ようとする場合最終冷 延率に十分注意を払う必要がある。

第5図のSi 約3%、Mn 約0.06%、C 0.0 3 %、S 0.0 0 3 %を含有する溶鋼に(a) Se 0.0 1 8 %および Sb0.0 3 0 % 、(b) Se 0.0 1 5 40 : 0.0 1 5 %を含む素材 A (3.0 mm板厚)、 Si %をそれぞれ添加して得られた鋼塊を、第1図あ るいは第2図の場合と同様の条件で処理した最終 冷延率と B。値の関係を示す図において、本発明 に係る素材にあつては最終冷延率40~85%の

範囲で高い B。値が得られることが判る。特に 50~77%の冷延率の場合1.90wb/m²を越 えるB。値が得られる。逆に最終冷延率が85% を越えると、二次再結晶粒の他に一次粒が混在し 5 て B。 値が急激に劣化し、一方 4 0 %以下の場合 には大きく成長した二次再結晶粒が得られるが、 100軸が圧延方向に揃わなくなり、やはりB₈ 値 1.8 5 wb/m² が得られない。

冷延は通常850~1100℃の中間焼鈍を挟 10 んで2回行ない、この際最初の圧下率は60~ 85%程度とするが、1回だけとしてもよい。こ の場合には熱延板に対し850~1100℃の温 度範囲で焼鈍を施し、熱延組織の均質化を図ると. 良好な結果が得られる。これらの焼鈍は通常連続 本発明の素材を溶製するには、LD転炉、電気 15 焼鈍によつて行なうが、箱焼鈍等公知の手段に置 換えることも可能である。

> 最終冷延を終り、成品板厚となつた鋼板は次に 脱炭焼鈍に付される。この焼鈍は冷延組織を一次 再結晶組織にすると同時に最終焼鈍で110, 20 0 0 1 方位の二次再結晶粒を発達させる場合に有 害な Cを除去するのが目的で、例えば750~ 8 5 0 ℃ で 5 ~ 1 5 min 程度の湿水素中での焼 鈍のように既に公知になつているどのような方法 を用いても構わない。

一方 最終 焼鈍は 110,001方位の二次再結 晶粒を充分発達させるため行なわれるもので、通 常箱焼鈍によつて直ちに1000℃以上に昇温し、 その温度に保持することによつて行なわれる。本 発明においては、この焼鈍に当り、まず二次再結 せる。これにより単なる高温保持による二次再結 晶工程によるよりも格段に高い B。を得ることが できる。B。は二次再結晶が完了した時点で十分 高いが成品の鉄損値を下げるためには前記焼鈍に で高温の焼鈍を行なうのが望ましい。この最終焼 鈍は通常マグネシャ等の焼鈍分離剤を塗布し、箱 焼鈍によつて行なわれる。

第3図はSi : 3.3%、Sb : 0.02%、Se :3.3%、Sb 無添加、Se :0.0 1 5 %を含む 通常の素材 B(3.0 mm板厚)について得られた結 果である。素材 A , Bとも1回目の冷延圧下率を 70%中間焼鈍を950℃×5min、更に2回

目の冷延圧下率を67%にとつて最終ゲージ 0.30㎜とし820℃の湿水素中での脱炭焼鈍後 素材 Aは二次再結晶温度を840~960℃にと つて H₂ 中で二次再結晶焼鈍を施こし、次いで 1180℃で5時間仕上焼鈍した結果である。

第3図から分るように二次再結晶を起こさせる 温度が低い場合には、磁気特性、B。の向上が顕 著に認められる。更に特筆すべきことは、本発明 のSbにSe あるいはSを単独あるいは同時に添 加した鋼についてB。の向上が特に著しい。

第3図が教えるように、930℃以上の二次再 結晶焼鈍温度をとつた場合には B。が十分向上せ ず、1.85 wb/m 以上を得ることがむづかしい。 - 方800℃以下の焼鈍でも二次再結晶は起るが、 時間がかかりすぎて工業的に無意味である。従つ15 8 2 0 ℃で5 min 間の脱炭焼鈍を行ない、更に て本発明に於ては、二次再結晶温度を800℃~ 920℃に限定する。本発明の特徴はこの温度範 囲で二次結晶粒を十分に成長させることにあつて その目的を達する限り、その手段は800℃~ 9.20℃で10~80hr の保定あるいはこの温 20 実施例 3 度範囲内で工業的に可能な徐熱、例えば 0.5~ 10℃/hr の昇温速度での徐熱でもよい。

すでに公知のように鋼板に含まれるSe 、Sは 最終焼鈍で110,001方位の二次再結晶粒の 発達に役立つた後は磁気特性、特に鉄損に対して 25 挾んで第一次冷延75%、第二次冷延64% 有害であるため除去するか、 極力減少させること が必要である。Se、Sを除去するためには、 H2 中で長時間焼鈍すればよく、特にSi>2.0 %の場合1000℃以上の焼鈍でSe、Sを除去 すればよい。一方 Sb については一次粒の粒成長 30 は の抑制効果の他に第 4図に示したように鋼板中に 残存してもそれは鉄損特性の低下にならないとい う極めて特徴的な長所があり、仕上焼鈍で特に除 去する必要はない。

実施例 1

C: 0.020%, Si: 2.90%, Mn: 0.06%、Sb : 0.0 3 0 %、Se : 0.0 2 0 %を含有 する珪素鋼鋼塊を分塊圧延後1250℃に1h加 熱し、連続熱延工程で3㎜厚に仕上げ、そのまま 鈍したのち、再び60%冷間圧延し0.3 ㎜厚に仕 上げた。次で820℃で5min 間湿水素中で脱 炭したのち、仕上焼鈍を施した。仕上焼鈍に際し ては870℃に20h保持し、二次再結晶粒を十

分成長させた後1200℃に昇温し、5hに保持 した。その結果得られた製品の磁気特性は

> $1.91 \text{ wb/}m^2$ B₈

 $W_{17}/50 : 1.21 \text{ w/kg}$

5 であつた。

実施例 2

C: 0.030%, Si: 2.95%, Mn: 0.056% Sb: 0.0 22% S: 0.0 09% Se: 0.015%を含有する珪素鋼鋼塊を分塊後1320 10 ℃に1 h 加熱し、連続熱延工程で2 mm 厚に仕上げ 一旦冷却したのちN。気流中で5 min 間の連続 焼鈍を行なつた。その後70%の第一次冷延、 850℃で5min 間の中間焼鈍50%の第二次 冷延を行ない 0.3 0 畑厚に仕上げた。ついで 1 1 8 0 ℃ で 5 h の 通常の 箱焼鈍を 行なつた 結果 次の特性を有する珪素鋼板が得られた。

 $: 1.88 \text{ wo/}m^2$

 $W_{17/50}$: 1.2 4 w/kg

C: 0.0 2 5 %, Si: 3.2 5 %, Sb: 0.0 19 %、Se: 0.0 2 0 %、S無添加(0.0 0 4 %) の珪素鋼鋼塊を3㎜厚に熱延し970℃で5min 間の焼鈍を行なつたのち、900℃の中間焼鈍を (0.3㎜仕上厚)を施し、ついで脱炭焼鈍後、仕 上焼鈍を行なつた。その際860℃に50h保持 し、二次再結晶粒を十分成長させたのち、1180 でに5h保持した。その結果得られた製品の特性

 $1.91 \text{ wb/} m^2$

 $W_{17/50} : 1.11 \text{ w/kg } \text{ cboto}$

実施例 4

C: 0.0 1 5 %, Si: 2.9 0 %, Sb: 0.0 8 35 %、Se : 0.0 3 %、S無添加 (0.0 0 3 %)、

M: 0.0 5%の組成を有する連鋳スラブを3mm厚 に熱延後、950Cの中間焼鈍を挾んで60%の 一次冷延、75%の二次冷延(0.3㎜仕上厚)を 行なつたのち脱炭焼鈍とl200℃で5 hにわた 75%冷間圧延し、次で900℃で5min 間焼 40 る仕上焼鈍を施した。得られた製品の特性は次の 通りであつた。

 $B_8 : 1.86 \text{ wb/}m^2$

 $W_{17/50}$: 1.28 w/kg

9

実施例 5

C: 0.0 4 0 %、Si: 2.9 0 %、Sb: 0.0 15 %、Se: 0.0 2 %、S: 0.0 3 %の珪素 鋼熱延板(3 mm板厚)を得、9 5 0 Cの中間焼鈍を挟んで7 8 %の一次冷延、5 0 %の二次冷延を行なつ 5 て0.3 0 mm厚に仕上げた。脱炭焼鈍後、8 0 0 Cから9 0 0 Cまでの3 C / hで3 0 hr かけて徐熱し、ついで1 1 8 0 Cで5 hの保持を行なう。仕上焼鈍を行なつた結果、次の特性値をもつ珪素鋼板が得られた。

 B_8 : 1.9 3 wb/ m^2 W_{1.7/50} : 1.2 2 w/kg

実施例 6

C: 0.0 2 5%、Si: 0.8 %、Se: 0.0 2 0 %、Sb: 0.0 3 0 %の鋼塊を分塊、熱延を経て 15 2.0 mmに仕上げた。1 0 0 0 ℃で5 min にわたる焼鈍後、6 0 %の冷間圧延を施し 0.8 mm厚に仕上げた。更に脱炭焼鈍を施したのち9 0 0 ℃で

10

24h にわたる H_2 気流中での仕上焼鈍を施した 結果次の特性を有する製品が得られた。

 $B_8 : 1.98 \text{ wb/}m^2$

図面の簡単な説明

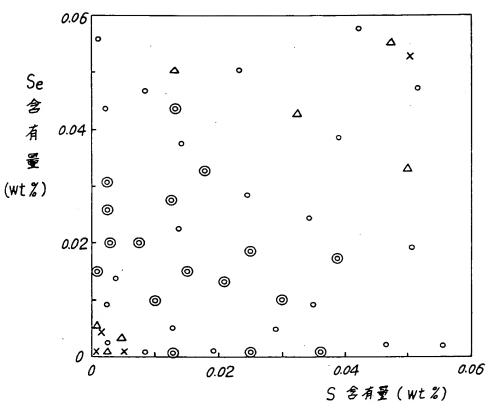
つ 5 第1図A, Bは本発明法による製品の磁東密度 B₈ に及ぼすS、Se 含有量の関係を示す図、第 2図は所定のS、Se 含有量に対してのSb 含有 量とB₉ の関係を示す図、第 3図は本発明法によ り処理した素材A, Bについて二次再結晶処理温 10 度とB₈ の関係を示した図、第 4図は製品中に残留する所定量のSb についてのB₈ と鉄損の関係を示す図、第 5図は本発明法により処理した素材とSe 単独添加処理した素材における最終冷延率 0 とB₈ 値の関係を示す図である。

69引用文献

特 公 昭49-6732

. 4

第1図 (A)

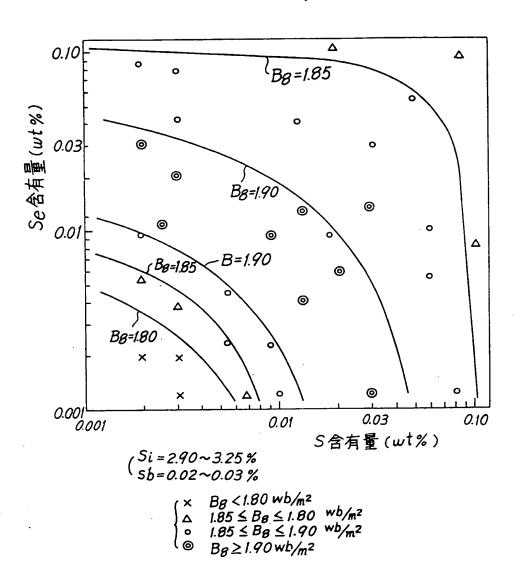


$$Si = 2.90 \sim 3.25\%$$

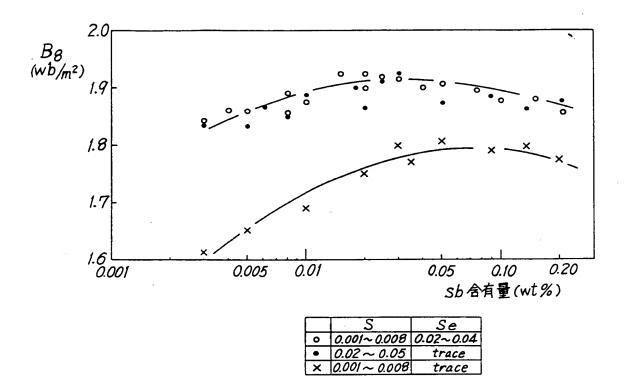
$$Sb = 0.02 \sim 0.03\%$$

$$\begin{cases} X & B_8 \le 1.80 \text{ wb/m}^2 \\ \Delta & B_8 \ge 1.85 \text{ wb/m}^2 \\ \Theta & B_8 \ge 1.90 \text{ wb/m}^2 \end{cases}$$

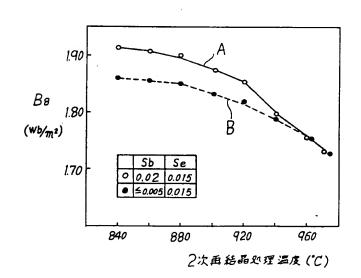
第1図 (B)



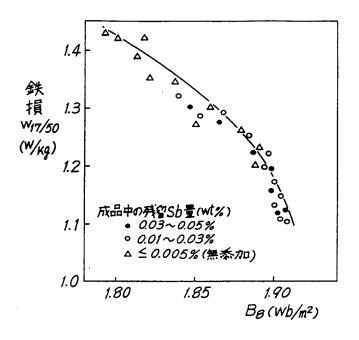
第2図



第3図



第 4 図



第5図

